

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 08-119774

(43)Date of publication of application : 14.05.1996

(51)Int.Cl.

C04B 41/87  
 B23B 27/14  
 B23B 27/20  
 C04B 35/52  
 C04B 35/583  
 C22C 29/16  
 C23C 14/06

(21)Application number : 06-287374

(22)Date of filing : 27.10.1994

(71)Applicant : SUMITOMO ELECTRIC IND LTD

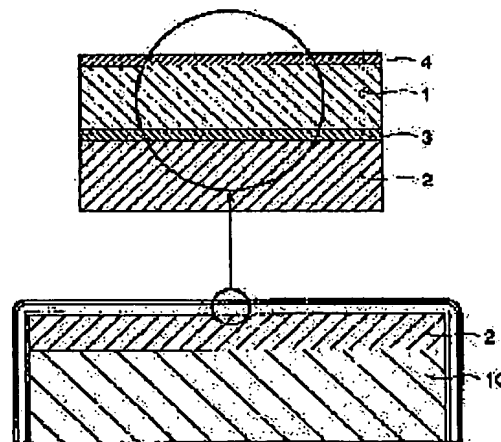
(72)Inventor : KUKINO AKIRA  
 NAKAI TETSUO  
 GOTO MITSUHIRO  
 YOSHIOKA TAKESHI  
 SETOYAMA MAKOTO

## (54) COMBINED MATERIAL HAVING HIGH HARDNESS FOR TOOL

## (57)Abstract:

**PURPOSE:** To provide a combined material with high hardness for tool having extremely improved cutting properties, abrasion resistance and fracture resistance and a life much longer than that of a conventional tool by forming a hard heat-resistant coating film having a specific composition on the surface of a base comprising a CBN sintered material or a diamond sintered material.

**CONSTITUTION:** In a combined material with high hardness for tool having a base 2 comprising a CBN sintered material containing  $\geq 20\text{vol.}\%$  boron nitride of cubic system or a diamond sintered material containing  $\geq 40\text{vol.}\%$  of diamond, the material is provided with the following constitution. Namely, at least one layer of a hard heat-resistant coating film 1 consisting essentially of at least one element selected from C, N and O and Ti and Al is formed at a place participating in at least cutting. For example, a compound having a composition of the formula  $(\text{Ti}_x\text{Al}_{1-x})\text{N}$  ( $0.3 \leq x \leq 0.5$ ) is preferable as the hard heat-resistant coating film. The film thickness of the hard heat-resistant coating film is preferably  $0.5\text{--}15\mu\text{m}$ . The combined material is optionally provided with an intermediate layer 3 or a surface layer 4.



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

04.06.2001

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平8-119774

(43) 公開日 平成8年(1996)5月14日

(51) Int.Cl. <sup>8</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 4 B 41/87		N		
B 2 3 B 27/14		A		
27/20				
C 0 4 B 35/52	3 0 1	D		

C 0 4 B 35/ 58 1 0 3 H

審査請求 未請求 請求項の数20 F D (全 15 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願平6-287374

(22) 出願日 平成6年(1994)10月27日

(71) 出願人 000002130

住友電気工業株式会社

大阪府大阪市中央区北浜四丁目5番33号

(72) 発明者 久木野 暁

兵庫県伊丹市昆陽北一丁目1番1号 住友

電気工業株式会社伊丹製作所内

(72) 発明者 中井 哲男

兵庫県伊丹市昆陽北一丁目1番1号 住友

電気工業株式会社伊丹製作所内

(72) 発明者 後藤 光宏

兵庫県伊丹市昆陽北一丁目1番1号 住友

電気工業株式会社伊丹製作所内

(74) 代理人 弁理士 越場 隆

最終頁に続く

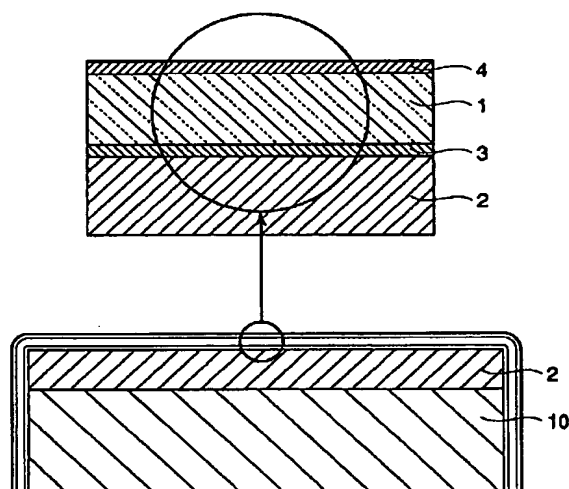
(54) 【発明の名称】 工具用複合高硬度材料

(57) 【要約】

【目的】 立方晶型窒化硼素を20体積%以上含むCBN焼結体からなる基材またはダイヤモンドを40%以上含むダイヤモンド焼結体からなる基材を有する工具用の複合高硬度材料。

【構成】 C、N、Oの少なくとも1種の元素と、Tiと、Alとを主成分とした少なくとも1層の硬質耐熱被膜を少なくとも切削に関与する箇所にも有する。

【効果】 母材強度が高く、耐摩耗性と耐酸化性に優れ、鉄と反応し難く、焼入鋼切削や鋳鉄の粗切削あるいは鋳鉄とアルミ合金との共削り等の用途において従来の工具よりもはるかに長い寿命を示す。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 立方晶型窒化硼素を20体積%以上含むCBN焼結体からなる基材またはダイヤモンドを40%以上含むダイヤモンド焼結体からなる基材を有する工具用の複合高硬度材料において、

C、NおよびOの中から選択される少なくとも1種の元素と、Tiと、Alとを主成分とした少なくとも1層の硬質耐熱被膜を少なくとも1層に有する箇所を有することを特徴とする工具用複合高硬度材料。

【請求項2】 硬質耐熱被膜が立方晶型の結晶構造を有する請求項1に記載の工具用複合高硬度材料。

【請求項3】 硬質耐熱被膜が  $(Ti_x Al_{1-x})N$  (ここで、 $0.3 \leq x \leq 0.5$ ) で表される組成を有する請求項1または2に記載の工具用複合高硬度材料。

【請求項4】 硬質耐熱被膜の膜厚が  $0.5 \mu m$  以上且つ  $15 \mu m$  以下である請求項1～3のいずれか一項に記載の工具用複合高硬度材料。

【請求項5】 基材と硬質耐熱被膜との界面に膜厚が  $0.05 \mu m$  以上且つ  $5 \mu m$  以下の4a、5aおよび6a族元素の中から選択される少なくとも1種の元素とC、NおよびOの中から選択される少なくとも1種の元素との少なくとも1種の化合物の中間層を有する請求項1～4のいずれか一項に記載の工具用複合高硬度材料。

【請求項6】 硬質耐熱被膜の表面に膜厚が  $0.05 \mu m$  以上且つ  $5 \mu m$  以下の4a、5aおよび6a族元素の中から選択される少なくとも1種の元素と、C、NおよびOの中から選択される少なくとも1種の元素とからなる少なくとも1種の化合物を有する請求項1～5のいずれか一項に記載の工具用複合高硬度材料。

【請求項7】 基材が立方晶型窒化硼素(CBN)粉末30～90体積%と、残部の結合材粉末とを超高圧焼結して得られた焼結体であって、残部結合材が周期律表4a、5aおよび6a族元素の窒化物、炭化物、硼化物、酸化物並びにこれらの固溶体から成る群の中から選択される少なくとも1種と、アルミニウムおよび/またはアルミニウム化合物とからなる結合材と、不可避的不純物とである請求項1～6のいずれか一項に記載の工具用複合高硬度材料。

【請求項8】 残部結合材が、50～95重量%のTiC、TiN、(TiM)C、(TiM)Nおよび(TiM)CN(ここで、MはTiを除く周期律表4a、5aおよび6a族元素の中から選択される遷移金属)から成る群の中から選択される少なくとも1種と、5～50重量%のアルミニウムおよび/またはアルミニウム化合物とからなる請求項7に記載の工具用複合高硬度材料。

【請求項9】 残部の結合材粉末が50～80重量%のTiN<sub>z</sub> (ここで  $0.5 \leq z \leq 0.85$ ) と、15～50重量%のアルミニウムおよび/またはアルミニウム化合物と、不可避的不純物とからなり、抗折力(JIS規格で測定)が110Kgf/mm<sup>2</sup>以上である請求項8に記載の工具用複合高硬度材

料。

【請求項10】 残部の結合材粉末が50～80重量%のTiC<sub>z</sub> ( $z$ は  $0.65 \leq z \leq 0.85$ ) と、20～50重量%のアルミニウムおよび/またはアルミニウム化合物と、不可避的不純物とからなり、抗折力(JIS規格で測定)が105Kgf/mm<sup>2</sup>以上である請求項8に記載の工具用複合高硬度材料。

【請求項11】 基材が立方晶型窒化硼素(CBN)粉末45～95体積%と残部の結合材粉末とを超高圧焼結して得られる焼結体であり、残部結合材粉末がCo、Ni、WC、TiN、TiCおよびこれらの固溶体から成る群の中から選択される少なくとも1種と、アルミニウムおよび/またはアルミニウム化合物と、不可避的不純物とからなる請求項1～6のいずれか一項に記載の工具用複合高硬度材料。

【請求項12】 残部結合材が1～50重量%のTiNと、Co、NiおよびWCから成る群の中から選択される少なくとも1種と、アルミニウムおよび/またはアルミニウム化合物と、不可避的不純物とからなる請求項11に記載の工具用複合高硬度材料。

【請求項13】 平均粒径が  $3 \mu m$  以下で抗折力(JIS規格で測定)が105Kgf/mm<sup>2</sup>以上である請求項11または12に記載の工具用複合高硬度材料。

【請求項14】 基材が立方晶型窒化硼素(CBN)粉末90体積%と残部の結合材粉末とを超高圧焼結して得られた焼結体であり、残部結合材が周期律表の1aおよび2a族元素の硼化物と、TiNと、不可避的不純物とからなる請求項1～6のいずれか一項に記載の工具用複合高硬度材料。

【請求項15】 残部結合材が1～50重量%のTiNと、周期律表1aまたは2a族元素の硼化物を含む請求項14に記載の工具用複合高硬度材料。

【請求項16】 基材がダイヤモンド粉末50～98体積%と、残部の結合材粉末とを超高圧焼結して得られる焼結体であり、残部の結合材粉末が鉄族金属と、WCと、不可避的不純物とからなる請求項1～6のいずれか一項に記載の工具用複合高硬度材料。

【請求項17】 基材がダイヤモンド粉末60～95体積%と、残部の結合材粉末とを超高圧焼結して得られる焼結体であり、残部の結合材粉末が鉄族金属と、周期律表4a、5aおよび6a族元素の炭化物および炭窒化物の中から選択される少なくとも1種と、WCと、不可避的不純物とからなる請求項1～6のいずれか一項に記載の工具用複合高硬度材料。

【請求項18】 残部の結合材粉末がCoと、TiCと、WCと、不可避的不純物とからなる請求項17に記載の工具用複合高硬度材料。

【請求項19】 基材がダイヤモンド粉末60～98体積%と結合材粉末とを超高圧焼結して得られる焼結体であり、残部結合材粉末が炭化珪素と、珪素と、WCと、不

可逆的不純物とからなる請求項 1～6 のいずれか一項に記載の材料。

【請求項 20】 抗折力 150Kgf/mm<sup>2</sup> 以上である請求項 16～19 のいずれか一項に記載の工具用複合高硬度材料。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は立方晶型窒化硼素 (CBN) を主成分とした焼結体 (以下、CBN 焼結体) またはダイヤモンドを主成分とした焼結体 (ダイヤモンド焼結体) を基材とする切削工具材料の改良に関するものであり、特に、強度と耐摩耗性に優れた工具用複合材料に関するものである。

【0002】

【従来技術】CBN 焼結体はダイヤモンドに次ぐ高い硬度を有する材料で、金属との反応性が低いので金属の切削工具として使用されている。CBN 焼結体は結合材 (焼結助剤) を用いて CBN 焼結粒子を高温高圧下で焼結させて作られるが、下記の 3 つのタイプに大別する事ができる：

(1) CBN 結晶粒子を 20～80 体積% 含み、結合材として Ti の炭化物、窒化物、炭窒化物を用いるもの (例、特開昭 53-77811 号)

(2) CBN 結晶粒子を 80 体積% 含み、結合材として Al および Co 金属を用いるもの (例、特公昭 52-43846 号)

(3) CBN 結晶粒子を 95 体積% 以上含み、結合材として M、B、N、(ここで M はアルカリ土類金属) を用いるもの (例、特開昭 59-57967 号)

【0003】これらの CBN 焼結体は極めて高い硬度を有し、熱伝導率が高い (高温強度に優れている) ので、各種の鋼の切削工具として利用されている。例えば、タイプ (1) の CBN 焼結体はピッカース硬度 3,500～4,300 を有し、耐摩耗、耐欠損性に優れているので高硬度鋳鉄の切削等に利用されており、タイプ (3) の CBN 焼結体はピッカース硬度 4,000～4,800 を有し、熱伝導性に優れているのでポンディングツール等に利用されている。しかし、CBN 焼結体には劈開性があり、耐酸化性に弱点があるため、難削材料、例えばトランスミッション用の鋼の切削では、CBN 焼結体のみでは耐摩耗性が不足し、摩耗が回避できない。

【0004】CBN 焼結体の耐摩耗性を向上させるために、CBN 焼結体に TiN 等の各種耐摩耗層を被覆する方法が提案されている (例、特開昭 61-183,187 号公報、特開平 1-96,083 号公報、特開平 1-96,084 号公報)

が、これら公知のコーティング CBN 工具は、耐摩耗層の硬度、耐酸化性が CBN 基材と比べ著しく劣るため工具の摩耗はさけられず、未だに実用的に十分な使用寿命の長い切削工具は得られていない。特に焼入鋼等の高硬度難削材の切削においてはコーティング層の強度及び硬度の不足が致命的でコーティングによる耐摩耗性向上の効果が現れない。また超硬合金に TiN、(TiAl)N、Ti

CN、Al、O、等を被覆した工具を提案されているが切削温度が高くなると、基材内部が著しく弾塑性変形し、容易に剥離または破壊してしまい、特に焼入鋼等の高硬度難削材の切削においては利用できない。

【0005】ダイヤモンド焼結体は CBN 焼結体に比較して高硬度であり、ダイヤモンド粒子自体が劈開面が少なくかつ一般的に欠陥も少ないことと、粒子同士が強固に結合していることから、抗折力が高く、ヤング率が高く、従って、高強度であるという特徴を有している。しかし、これらの広く市販されているダイヤモンド焼結体はダイヤモンドが耐酸化性に劣ることと、鉄系の材料の切削においては著しく耐摩耗性が低下するため、実用的な切削に利用できないという欠点がある。そのため、ダイヤモンド焼結体の優れた特性を生かし切れず、アルミ等の非鉄系硬質材料の切削に限定されているのが現状である。

【0006】

【発明が解決しようとする課題】本発明の目的は、CBN 焼結体またはダイヤモンド焼結体の高い硬度および高い強度 (超硬合金に比べ数倍) と、硬質耐熱被膜の優れた耐摩耗性とを併せ持った、例えば焼入鋼切削や鋳鉄の粗切削、鋳鉄とアルミ合金との共削り等で用いた場合に、従来工具に対して著しく長い寿命を示す理想的な工具用複合高硬度材料を提供することにある。

【0007】

【課題を解決するための手段】本発明は、立方晶型窒化硼素を 20 体積% 以上含む CBN 焼結体から成る基材またはダイヤモンドを 40% 以上含むダイヤモンド焼結体からなる基材を有する工具用の複合高硬度材料において、C、N および O の中から選択される少なくとも 1 種の元素と、Ti と、Al とを主成分とした厚さが 0.5～15 μm の少なくとも 1 層の硬質耐熱被膜を少なくとも 1 層の切削に関与する箇所を有することを特徴とする工具用複合高硬度材料を提供する。

【0008】図 1 は本発明の複合硬度材料の概念的な図であり、(1) は硬質耐熱被膜、(2) は基材、(3) と (4) は必要に応じて設けられる中間層と表面層である。図 2 は本発明の複合硬度材料を製造するのに用いることができる成膜装置の一例の概念図で、(5) は真空チャンバ、(6) は回転式基材保持具に取付けられた複数の基材を概念的に表したものの、(7) は回転式基材保持具、(8) は回転式基材保持具を取り囲んだ複数のターゲットである。

【0009】硬質耐熱被膜 (1) はイオンプレーティング法などの PVD 法で作ることができる。PVD 法は基材強度 (工具の場合には基材の耐摩耗性、耐欠損性) を高いレベルに維持したままその表面を処理することができる。本発明の硬質耐熱膜を作製するには、原料元素のイオン化効率が高く、反応性に富み、基材にバイアス電圧を印加することによって密着性に優れた被膜を得ること

ができるアーク式イオンブレーティング法が最も適している。

【0010】基材(2)と硬質耐熱被膜(1)との間には膜厚が0.05~5 $\mu$ mの少なくとも1層の中間層(3)を設けるのが好ましい。この中間層(3)は周期律表4a、5aおよび6a族元素の窒化物、炭化物、酸化物並びにこれらの固溶体より成る群の中から選択される材料で作るのが好ましい。この中間層(3)は硬質耐熱被膜(1)と基材(2)との間の密着性を向上させる役目をする。また、特性が大きく異なる基材と硬質耐熱被膜との間に中間的な特性の中間層を設けることによって特性の変化を段階的に制御して、膜の残留応力を低減する効果が期待できる。

【0011】

【作用】この硬質耐熱被膜(1)は特開平2-194,159号公報に記載の方法で作ることができる。この硬質耐熱被膜はTiN被膜と比べて硬度に優れ(TiNのHv=2,000に対し硬質耐熱被膜のHv=2,800)、耐酸化性に優れ(TiNの酸化開始温度が700℃であるのに対して硬質耐熱被膜は約1,000℃)ているが、本発明者達は、CBN焼結体およびダイヤモンド焼結体にこの硬質耐熱被膜を被覆すると切削性能、耐摩耗性および耐欠損性が著しく向上するということを見出した。

【0012】すなわち、超硬合金製工具では、TiN、TiCNまたはAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>の被膜をコーティングして耐摩耗性と耐酸化性を向上させて、寿命を延ばすことが一般に行われている。従って、cBN工具にも同様な被膜をコーティングすることが試みられたが、十分な結果は得られていない。本発明者達は、被膜の構成元素をC、N、Oの少なくとも1種と、Tiと、Alとで構成することでcBN工具の寿命を延ばす効果が得られることを見出した(耐摩耗性、耐酸化性、耐反応性、耐チップング性等の向上)。特に、Ti<sub>x</sub>Al<sub>1-x</sub>N(x=0.3~0.5)は膜特性(膜硬度、耐酸化性)、生産性に優れており、望ましい。TiAlNは被膜は高硬度、高耐酸化性であることは知られているが、本発明者達はTiAlNが高硬度なcBNの耐摩耗性を損なわずに耐酸化性を向上させることを見出した。また、TiAlNにCを加えた膜はTiAlNより高硬度であり、Oを加えた膜は耐酸化性に優れている。硬質耐熱被膜はその結晶構造が立方晶型であるものが特に硬度に優れ、cBN工具の耐摩耗性を損ねることがない。

【0013】薄膜の硬度は基材の硬度の影響を受けやすく、薄膜の厚みが薄くなるにつれ、その影響は顕著になり基材の硬度に近づくことが一般に知られているが、本発明者達は、現存する物質の中で最も室温における硬度および切削時の高温状態(800℃以上)での硬度が高いダイヤモンド焼結体(室温でHv=9000以上)と、次いで硬度の高いCBN焼結体(室温でHv=3000~4500)とを基材として用いることにより、超硬合金(Hv=1800)を基材とした場合に大きな問題となっていた基材の変形を著

しく抑制し、切削時の高温条件下でも硬質耐熱膜が高硬度を維持し、CBN焼結体およびダイヤモンド焼結体からなる工具の耐摩耗性を著しく向上させるということを見出した。また、イオンブレーティング法を用いて基材との密着性の優れた硬質耐熱被膜を成膜することによって切削時の硬質耐熱被膜の変形が基材との界面により拘束され、その効果によっても硬質耐熱被膜の硬度は大幅に上昇する。

【0014】従って、このような硬質耐熱被膜をCBN焼結体およびダイヤモンド焼結体を基材とする工具の少なくとも切削に関与する箇所の上表面上に被覆することによって、CBN焼結体およびダイヤモンド焼結体の高硬度および高強度と、硬質耐熱被膜の優れた耐熱性および耐酸化性との長所が顕在化し、耐摩耗性および耐欠損性が著しく向上し、その結果、切削性能および工具寿命が大幅に延びるという効果が得られる。

【0015】硬質耐熱膜は組成の異なる2種以上の化合物層を積層した構造でも、それを周期的に多数積層したものでもよい。また、硬質耐熱膜の組成が基材側から表面側にかけて組成が連続的または段階的に変化する傾斜組成にすることもできる。また、基材と中間層または硬質耐熱膜、中間層と硬質耐熱膜、硬質耐熱膜間、硬質耐熱膜と表面層との間を同様な傾斜構造にすることもできる。この傾斜構造は膜の剥離やクラックが問題となる場合に効果的である。

【0016】硬質耐熱被膜の全膜厚が0.5 $\mu$ m未満の場合には耐摩耗性の向上がほとんど見られず、15 $\mu$ mを超えると硬質耐熱被膜中の残留応力の影響で基材との密着性が低下したり、高硬度基材を用いた場合の硬質耐熱被膜の高硬度化効果が薄れ、硬質耐熱被膜自体の硬度(Hv=2800)が支配的になり、十分な硬度を得られず、耐摩耗性は低下する。従って、硬質耐熱被膜全体の膜厚は0.5~15 $\mu$ mにする。

【0017】中間層の膜厚は0.05 $\mu$ m未満では密着性の向上が見られず、逆に5 $\mu$ mを超えても密着性の向上は見られない。従って、特性および生産性の観点から中間層の膜厚は0.05~5 $\mu$ mの範囲にするのが好ましい。また、硬質耐熱膜の最上層に形成できる表面層の厚さは5 $\mu$ m以下にするのが好ましい。5 $\mu$ mを超えると剥離等により耐摩耗性、耐欠損性の向上は見られなくなる。また、生産性の観点からも適当ではない。

【0018】本発明の工具用複合材料はチップ、ドリル、エンドミル等の切削工具に加工して使用することができる。本発明の工具用複合高硬度材料から作った工具は切削性能および工具寿命が格段に向上することが確認されている。

【0019】CBN焼結体基材は前記の3つのタイプのCBN焼結体の中から選択できる。好ましいCBN焼結体としては下記(1)~(3)のものを上げることができる。

(1) 立方晶型窒化硼素 (CBN) 粉末30~90体積%と残部の結合材粉末とを超高圧焼結して得られた焼結体であって、残部の結合材が周期律表4a、5a、6a族元素の窒化物、炭化物、硼化物、酸化物並びにこれらの固溶体から成る群の中から選択される少なくとも1種と、アルミニウムおよび/またはアルミニウム化合物とからなる結合材と、不可避的不純物とであるCBN焼結体。

【0020】タイプ(1)のCBN焼結体の中では、結合材粉末として50~95重量%のTiC、TiN、TiCN、(TiM)C、(TiM)Nおよび(TiM)CNから成る群の中から選択される少なくとも1種(ここで、MはTiを除く周期律表4a、5aおよび6a族元素からなる群の中から選択される遷移金属)と、5~50重量%のアルミニウムおよび/またはアルミニウム化合物と、不可避的不純物とからなるCBN焼結体は耐摩耗性や強度に優れ、好ましい。

【0021】(2) 立方晶型窒化硼素 (CBN) 粉末40~95体積%と残部の結合材粉末とを超高圧焼結して得られた焼結体であって、残部の結合材粉末が1~50重量%のTiNと、Co、NiおよびWCからなる群の中から選択される少なくとも1種と、アルミニウムおよび/またはアルミニウム化合物と、不可避的不純物とからなるもの。

【0022】(3) 立方晶型窒化硼素 (CBN) 粉末90体積%と残部の結合材粉末とを超高圧焼結して得られた焼結体であって、残部結合材粉末が周期律表1a、2a族元素の硼化物と、TiNと、不可避的不純物とからなる焼結体。残部結合材は1~50重量%のTiNを含むものが好ましい。

【0023】タイプ(1)のCBN焼結体自体は公知であり、その特性および製造方法は特開昭53-7781号公報に詳細に記載されている。タイプ(2)のCBN焼結体は特公昭52-43846号に記載の結合材にTiNを加えたものに行うことができる。TiNを加えることによって硬質耐熱被膜との密着性がある。タイプ(3)のCBN焼結体は特開昭59-57967号に記載の結合材にTiNを加えたものに行うことができる。タイプ(3)のCBN焼結体もTiNを加えることによって硬質耐熱膜との密着性が上がる。

【0024】タイプ(1)のCBN焼結体は結合材として周期律表4a、5a、6a族元素の窒化物、炭化物、硼化物、酸化物並びにこれらの固溶体から成る群の中から選択される少なくとも1種と、5~50重量%のアルミニウムおよび/またはアルミニウム化合物とからなり、これらが高温高圧下での焼結時にCBNと反応して硼化アルミニウム (AlB<sub>2</sub>)、窒化アルミニウム (AlN) 等の化合物がCBN粒子と結合材の界面で生成し、各粒子間の結合力を高め焼結体の靱性および強度を向上させる。結合材としてTiNおよび/またはTiCを用いた場合には、TiN<sub>z</sub> およびTiC<sub>z</sub> のZ値をそれぞれ 0.5 ≤ z ≤ 0.85、0.65 ≤ z ≤ 0.85とし、化学量論比からズラすことによって遊離チタン量を増やしてCBNを結合材の反応促

進させる効果によって、AlB<sub>2</sub>、AlN、TiB<sub>2</sub>等の反応生成物により良好な摩擦特性および強度を持ったCBN焼結体を得ることができる。Z値がそれぞれ 0.5および0.65未満になると酸化反応による発熱により粉末の充填操作が困難になり、0.85を超えるとCBNと結合材の反応性は化学量論比のTiNおよびTiCを用いた場合とほとんど変わらなくなる。

【0025】タイプ(1)のCBN焼結体の結合材粉末としてTiN<sub>z</sub> (0.5 ≤ z ≤ 0.85) および/またはTiC<sub>z</sub> (0.65 ≤ z ≤ 0.85) を用いた場合には、結合材中のアルミニウムおよび/またはアルミニウム化合物量が5重量%未満では、アルミニウムおよび/またはアルミニウム化合物とCBNとの反応が不十分になり、結合材によるCBNの保持力が弱くなる。逆に、40重量%を超えるとAlB<sub>2</sub>、AlN、TiB<sub>2</sub>等の反応生成物が多くなってCBNの保持力は上がるが、AlB<sub>2</sub>、AlNと比べ硬度や機械的強度に優れたCBNの相対的な含有量が低下するため耐摩耗性が著しく低下する。従って、従来はタイプ(1)のCBN焼結体を切削工具として用いる場合には、結合材粉末の組成としては60~95重量%のTiN<sub>z</sub> (0.5 ≤ z ≤ 0.85) および/またはTiC<sub>z</sub> (0.65 ≤ z ≤ 0.85) と、5~40重量%のアルミニウムおよび/またはアルミニウム化合物と、不可避的不純物とからなるものが最も適当であった。

【0026】しかし、本発明の工具用複合高硬度材料においては、高硬度で耐酸化性に優れた硬質耐熱被膜を被覆することによって耐摩耗性の劣るCBN焼結体に優れた耐摩耗性を付与させることができるので、本発明の工具用複合高硬度材料の基材用CBN焼結体に要求される特性は高靱性で且つ高強度であることが耐摩耗性よりも重要である。換言すれば、従来では十分な靱性を備えていても耐摩耗性に欠陥があるために高硬度難削材の切削に用いられなかった、結合材粉末に多量のアルミニウムおよび/またはアルミニウム化合物を含有するCBN焼結体であっても硬質耐熱被膜を被覆することによって耐欠損性と耐摩耗性とを兼ね備えた理想的な工具用複合高硬度材料となり得ることが本発明によって明らかとなった。

【0027】タイプ(1)のCBN焼結体では特に、残部結合材粉末が50~80重量%のTiN<sub>z</sub> (0.5 ≤ z ≤ 0.85) と、15~50重量%のアルミニウムおよび/またはアルミニウム化合物と、不可避的不純物とからなり、抗折力 (JIS規格で測定) が110Kgf/mm<sup>2</sup> 以上のものと、残部結合材粉末が50~80重量%のTiC<sub>z</sub> (0.65 ≤ z ≤ 0.85) と、20~50重量%のアルミニウムおよび/またはアルミニウム化合物と、不可避的不純物とからなり、抗折力 (JIS規格で規定) が105Kgf/mm<sup>2</sup> 以上のものが上記の効果が発現しており、通常のCBN焼結体工具や従来の耐摩耗性被覆を有するCBN焼結体工具では切削不可能であった高硬度焼入鋼の強断続切削においても実用レベル

を十分に満たす工具寿命を実現できる。

【0028】しかし、 $TiN_z$  ( $0.5 \leq z \leq 0.85$ ) および／または  $TiC_z$  ( $0.65 \leq z \leq 0.85$ ) を結合材粉末として用いた場合、アルミニウムおよび／またはアルミニウム化合物が50重量%を超えるとCBN焼結体の硬度および強度が不十分になり、本発明の工具用複合高硬度材料用の基材としては不適当であらう。

【0029】タイプ(2)のCBN焼結体では、平均粒径が3  $\mu m$ 以下のCBN粉末を出発材料として用いることによって抗折力 105Kgf/mm<sup>2</sup> 以上のCBN焼結体を製造することができ、この高靱性のCBN焼結体を基材として硬質耐熱被膜を被覆することにより通常のCBN焼結体工具や従来の耐摩耗層被覆を有するCBN焼結体工具では切削不可能であった高硬度焼入鋼の強断続切削においても実用レベルを十分に満たす工具寿命を実現できた。

【0030】ダイヤモンド焼結体基材は前記の3つのタイプの中から選択できる。好ましいダイヤモンド焼結体としては下記(1)～(3)のものを挙げることができる：  
(1) ダイヤモンドを50～98体積%含む焼結体で、焼結体の残部が鉄族金属、WCおよび不可避不純物からなる焼結体が好ましく、鉄族金属がCoである焼結体がさらに好ましい。

【0031】(2) ダイヤモンドを60～95体積%含む焼結体で、焼結体の残部が鉄族金属と、周期律表4a、5a、6a族元素の炭化物および炭窒化物の中から選択される少なくとも1種と、WCと、不可避不純物とからなる焼結体で、鉄族金属がCoで且つTiCおよびWCを含む焼結体がさらに好ましい。

【0032】(3) ダイヤモンドを60～98体積%含む焼結体で、焼結体の残部が炭化珪素と、珪素と、WCと、不可避的不純物とからなる焼結体。上記ダイヤモンド焼結体は公知のダイヤモンド焼結体の中でも特に高強度で、鉄族金属または周期律表4a、5a、6a族元素の炭化物、炭窒化物および炭化珪素、珪素の1種以上を含んでいる。これらの元素は基材と超薄膜積層膜とを強固に接合させる効果を有している。

【0033】ダイヤモンド焼結体の場合も、抗折力(JIS規格で測定)が150Kgf/mm<sup>2</sup> 以上のダイヤモンド焼結体を基材として用い、硬質耐熱被膜を被覆することによって靱性と耐摩耗性とを兼ね備えた本発明工具用複合材料とすることができ、それによって、通常のダイヤモンド焼結体工具では切削不可能であった高硬度焼入鋼の強断続切削においても実用レベルを十分に満たす工具寿命

を実現することができる。

【0034】

【実施例】以下、本発明の実施例を説明するが、本発明が下記の実施例に限定されるものではない。

#### 実施例1

超合金製ビットおよびボールを用いてTiNとアルミニウムとを80：20の重量比で混合して結合材粉末を得た。次に、この結合材とcBN粉末とを体積比で40：60となるように配合し、Mo製容器に充填し、圧力50kb、温度1,450°Cで20分間焼結した。この焼結体を切削工具用のチップ(SNQN120408)の形に加工した後、図2に示す成膜装置を用いて、チップの切削に関与する部位に真空アーク放電によるイオンプレーティング法で硬質耐熱膜を被覆した。

【0035】すなわち、図2に示す成膜装置内に複数個のターゲットを配置し、これらのターゲットの中心に設けた回転式基材保持具に上記チップを装着して成膜した。ターゲットとしてはTiAlターゲットを用いた。まず、成膜装置を $10^{-1}$ Torrの真空度まで減圧し、Arガスを導入し、 $10^{-1}$ Torrの雰囲気中でチップに-1,000 Vの電圧を加えて洗浄した。次に、500 °Cまで加熱し、Arガスを排気した後、反応ガスとしてN<sub>2</sub>ガスを300cc/minの割合で導入し、チップに-200 Vの電圧を加えて、真空アーク放電によりアーク電流100AでTiAlのターゲットを蒸発イオン化させて被覆した。膜厚は被覆時間によって制御した。また、化合物膜のTiとAlの割合はTiAl合金のTiとAlの割合で調整した。

【0036】C、Oを含む膜の場合には、反応ガスとしてN<sub>2</sub>、C<sub>2</sub>H<sub>2</sub>、O<sub>2</sub>を用い、各々の流量の割合を調整してC、N、Oの割合を調整した。また、中間層、表面層を有する製品はTiAlターゲットとしてTiターゲットを加えて配置し、上記と同じ要領で順次成膜した。

【0037】比較のために、従来法であるコーティング切削チップ(1-29～32)も用意した。試料1-29～32は通常の成膜装置を使用して真空アーク放電を用いたイオンプレーティング法で上記と同じ組成と形状の切削チップの表面にTiNおよびTiCNを単独または組合せた硬質被覆層を被覆して製造したものであり、試料1-33は通常のCVD法で上記と同じ組成と形状の切削チップの表面にTiNおよびAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>を組合せた硬質被覆層を形成して製造したものである。【表1】～【表4】は製品の構成と結果とをまとめたものである。

【0038】

【表1】

試料	耐 摩 耗 層		
	組 成	膜 厚 ( $\mu\text{m}$ )	結晶 構造
1-1	(Ti <sub>0.1</sub> , Al <sub>0.9</sub> )N	3.5	六方晶
1-2	(Ti <sub>0.3</sub> , Al <sub>0.7</sub> )N	3.5	立方晶
1-3	(Ti <sub>0.5</sub> , Al <sub>0.5</sub> )N	3.5	立方晶
1-4	(Ti <sub>0.7</sub> , Al <sub>0.3</sub> )N	3.5	立方晶
1-5	(Ti <sub>0.9</sub> , Al <sub>0.1</sub> )N	3.5	立方晶
1-6	(Ti <sub>0.3</sub> , Al <sub>0.7</sub> )C	3.5	立方晶
1-7	(Ti <sub>0.25</sub> , Al <sub>0.75</sub> )(Co <sub>0.1</sub> , No <sub>0.9</sub> )	3.0	六方晶
1-8	(Ti <sub>0.4</sub> , Al <sub>0.6</sub> )(Co <sub>0.15</sub> , No <sub>0.75</sub> , O <sub>0.1</sub> )	4.2	立方晶
1-9	(Ti <sub>0.3</sub> , Al <sub>0.7</sub> )N	5.6	立方晶
1-10	(Ti <sub>0.4</sub> , Al <sub>0.6</sub> )(No <sub>0.85</sub> , O <sub>0.15</sub> )	2.8	立方晶
1-11	(Ti <sub>0.3</sub> , Al <sub>0.7</sub> )(Co <sub>0.2</sub> , No <sub>0.8</sub> )	0.2	立方晶
1-12	(Ti <sub>0.3</sub> , Al <sub>0.7</sub> )(Co <sub>0.2</sub> , No <sub>0.8</sub> )	0.5	立方晶
1-13	(Ti <sub>0.3</sub> , Al <sub>0.7</sub> )(Co <sub>0.2</sub> , No <sub>0.8</sub> )	1.0	立方晶
1-14	(Ti <sub>0.3</sub> , Al <sub>0.7</sub> )(Co <sub>0.2</sub> , No <sub>0.8</sub> )	4.1	立方晶
1-15	(Ti <sub>0.3</sub> , Al <sub>0.7</sub> )(Co <sub>0.2</sub> , No <sub>0.8</sub> )	6.5	立方晶
1-16	(Ti <sub>0.3</sub> , Al <sub>0.7</sub> )(Co <sub>0.2</sub> , No <sub>0.8</sub> )	10.0	立方晶

[0039]

[表2]



試料	耐 摩 耗 層		
	組 成	膜 厚 ( $\mu\text{m}$ )	結晶 構造
1-17	(Ti <sub>0.5</sub> , Al <sub>0.7</sub> )(Co <sub>0.2</sub> , No <sub>0.8</sub> )	15.0	立方晶
1-18	(Ti <sub>0.5</sub> , Al <sub>0.7</sub> )(Co <sub>0.2</sub> , No <sub>0.8</sub> )	18.0	立方晶
1-19	(Ti <sub>0.5</sub> , Al <sub>0.7</sub> )(No <sub>0.9</sub> , Oo <sub>0.1</sub> )	2.5	立方晶
1-20	(Ti <sub>0.5</sub> , Al <sub>0.7</sub> )(No <sub>0.9</sub> , Oo <sub>0.1</sub> )	2.5	立方晶
1-21	(Ti <sub>0.5</sub> , Al <sub>0.7</sub> )(No <sub>0.9</sub> , Oo <sub>0.1</sub> )	2.5	立方晶
1-22	(Ti <sub>0.5</sub> , Al <sub>0.7</sub> )(No <sub>0.9</sub> , Oo <sub>0.1</sub> )	2.5	立方晶
1-23	(Ti <sub>0.5</sub> , Al <sub>0.7</sub> )(No <sub>0.9</sub> , Oo <sub>0.1</sub> )	2.5	立方晶
1-24	(Ti <sub>0.5</sub> , Al <sub>0.5</sub> )N	3.3	立方晶
1-25	(Ti <sub>0.5</sub> , Al <sub>0.5</sub> )N	3.3	立方晶
1-26	(Ti <sub>0.5</sub> , Al <sub>0.7</sub> )N	3.3	立方晶
1-27	(Ti <sub>0.5</sub> , Al <sub>0.5</sub> )N	3.3	立方晶
1-28	(Ti <sub>0.5</sub> , Al <sub>0.5</sub> )N	3.3	立方晶
1-29	複合層*	7.0	立方晶
1-30	TiCN	2.8	立方晶
1-31	TiN	3.1	立方晶
1-32	TiC	3.2	立方晶
1-33	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	5.2	六方晶

\*複合層の組成と膜厚 ( $\mu\text{m}$ )

(Ti<sub>0.5</sub>, Al<sub>0.7</sub>)N/(Ti<sub>0.5</sub>, Al<sub>0.7</sub>)C/(Ti<sub>0.5</sub>, Al<sub>0.7</sub>)(Co<sub>0.2</sub>, No<sub>0.8</sub>)  
 2  $\mu\text{m}$             1  $\mu\text{m}$             2  $\mu\text{m}$             2  $\mu\text{m}$

【0040】

【表3】

試料	中間層		表面層		備考
	組成	膜厚 ( $\mu\text{m}$ )	組成	膜厚 ( $\mu\text{m}$ )	
1-1	なし		なし		PVD法
1-2	なし		なし		"
1-3	なし		なし		"
1-4	なし		なし		"
1-5	なし		なし		"
1-6	TiN	0.5	Ti(Co. s, No. s)	0.2	"
1-7	TiN	0.5	Ti(Co. s, No. s)	0.2	"
1-8	TiN	0.5	Ti(Co. s, No. s)	0.2	"
1-9	TiN	0.5	Ti(Co. s, No. s)	0.2	"
1-10	TiN	0.5	Ti(Co. s, No. s)	0.2	"
1-11	TiN	0.3	なし		"
1-12	TiN	0.3	なし		"
1-13	TiN	0.3	なし		"
1-14	TiN	0.3	なし		"
1-15	TiN	0.3	なし		"
1-16	TiN	0.3	なし		"

【0041】

\* \* 【表4】

試料	中間層		表面層		備考
	組成	膜厚 ( $\mu\text{m}$ )	組成	膜厚 ( $\mu\text{m}$ )	
1-17	TiN	0.3	なし		PVD法
1-18	TiN	0.3	なし		"
1-19	TiN	0.01	なし		"
1-20	TiN	0.05	なし		"
1-21	TiN	1.0	なし		"
1-22	TiN	5.0	なし		"
1-23	TiN	7.0	なし		"
1-24	TiN	0.4	Ti(Co. s, No. s)	0.01	"
1-25	TiN	0.4	Ti(Co. s, No. s)	0.05	"
1-26	TiN	0.4	Ti(Co. s, No. s)	1.0	"
1-27	TiN	0.4	Ti(Co. s, No. s)	5.0	"
1-28	TiN	0.4	Ti(Co. s, No. s)	7.0	"
1-29	TiN	0.4	なし		"
1-30	TiN	0.5	TiN		"
1-31	なし		なし		"
1-32	TiN	0.5	なし		"
1-33	なし		TiN	0.5	CVD法

【0042】得られた切削チップを用い以下の切削テストを行った。被削材としては硬度HRC63のSUJ2材の

丸棒を用いた。この被削材の外周を切削速度 100m/min \*ある。

n、切込み0.2mm、送り0.1mm/rev、乾式で40分間切削 【0043】

して切削結果を得た。結果は〔表5〕にまとめて示して\* 【表5】

試料	逃げ面摩耗 (mm)	評価
1-1	0.130	×
1-2	0.112	○
1-3	0.114	○
1-4	0.120	△
1-5	0.130	×
1-6	0.105	◎
1-7	0.121	×
1-8	0.108	◎
1-9	0.106	◎
1-10	0.107	◎
1-11	0.123	△
1-12	0.111	○
1-13	0.109	◎
1-14	0.108	◎
1-15	0.109	◎
1-16	0.108	◎
1-17	0.109	◎

試料	逃げ面摩耗 (mm)	評価
1-18	0.122	△
1-19	0.112	○
1-20	0.105	◎
1-21	0.106	◎
1-22	0.105	◎
1-23	0.121	△
1-24	0.107	◎
1-25	0.105	◎
1-26	0.106	◎
1-27	0.107	◎
1-28	0.120	△
1-29	0.108	◎
1-30	0.120	△
1-31	0.127	△
1-32	0.121	△
1-33	0.125	△

#### 【0044】実施例2

基材のCBN焼結体をCBN含有率（体積％）および結合材の組成（重量％）を〔表6〕～〔表7〕に示すものに代えた。実施例1と同じ焼結方法で得られた焼結体を

X線回折により分析したところ不可避的不純物として $\alpha$

-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、WCおよびCoが検出された。

【0045】

〔表6〕

試 料	CBN (体積%)	結合材粉末の組成 (重量%)	焼結後のX線回折 による主な同定物
2-1	97	80:Ca <sub>3</sub> B <sub>2</sub> N <sub>4</sub> 20:TiN	TiN
2-2	96	80:TiN 20:Al	CBN、TiN、AlN、 AlB <sub>2</sub> 、TiB <sub>2</sub>
2-3	96	55:Co 30:Al 13:WC 2:TiN	CBN、CoWB、 Co <sub>2</sub> W <sub>2</sub> B、AlN
2-4	92	55:Co、30:Al 13:WC、2:TiN	CBN、CoWB、 Co <sub>2</sub> W <sub>2</sub> B、AlN
2-5	87	60:TiN 40:Al	CBN、TiN、AlN、 AlB <sub>2</sub> 、TiB <sub>2</sub>
2-6	85	75:TiCN 15:Al、10:WC	CBN、TiCN、 WC、TiB <sub>2</sub>
2-7	85 (平均粒径 3μm)	55:Co、30:Al 13:WC、2:TiN	CBN、CoWB、 Co <sub>2</sub> W <sub>2</sub> B、AlN
2-8	85 (平均粒径 5μm)	55:Co、30:Al 13:WC、2:TiN	CBN、CoWB、 Co <sub>2</sub> W <sub>2</sub> B、AlN
2-9	70	70:(TiHf)N 30:Al	CBN、(TiHf)N AlN、AlB <sub>2</sub> 、TiB <sub>2</sub>
2-10	70	70:(TiHf)C 30:TiAl <sub>3</sub>	CBN、(TiHf)N AlN、AlB <sub>2</sub> 、TiB <sub>2</sub>
2-11	65	65:TiN、25:Al 5:VN、5:HfC	CBN、TiN、VN、 HfC、AlN、TiB <sub>2</sub>
2-12	60	100:Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CBN、Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
2-13	55	90:TiN <sub>0.7</sub> 10:Al	CBN、TiN、AlN、 AlB <sub>2</sub> 、TiB <sub>2</sub>
2-14	55	70:TiN <sub>0.7</sub> 30:Al	CBN、TiN、AlN、 AlB <sub>2</sub> 、TiB <sub>2</sub>
2-15	55	50:TiN <sub>0.7</sub> 50:Al	CBN、TiN、 AlN、AlB <sub>2</sub> 、TiB <sub>2</sub>
2-16	55	40:TiN <sub>0.7</sub> 60:Al	CBN、TiN、 AlN、AlB <sub>2</sub> 、TiB <sub>2</sub>

試 料	CBN (体積%)	結合材粉末の組成 (重量%)	焼結後のX線回折 による主な同定物
2-17	55	75:TiN <sub>0.7</sub> 25:Al	CBN、TiN、AlN、 AlB <sub>2</sub> 、TiB <sub>2</sub>
2-18	55	75:TiN <sub>0.9</sub> 25:Al	CBN、TiN、 AlN、AlB <sub>2</sub> 、TiB <sub>2</sub>
2-19	55	75:TiN 25:Al	CBN、TiN、 AlN、AlB <sub>2</sub> 、TiB <sub>2</sub>
2-20	55	60:TiC <sub>0.8</sub> 40:TiAl <sub>3</sub>	CBN、TiN、AlN、 AlB <sub>2</sub> 、TiB <sub>2</sub>
2-21	55	60:TiC <sub>0.95</sub> 40:TiAl <sub>3</sub>	CBN、TiN、AlN、 AlB <sub>2</sub> 、TiB <sub>2</sub>
2-22	55	60:TiC 40:TiAl <sub>3</sub>	CBN、TiN、AlN、 AlB <sub>2</sub> 、TiB <sub>2</sub>
2-23	45	55:Co、30:Al 13:WC、12:TiN	CBN、CoWB、 Co <sub>2</sub> W <sub>2</sub> B、 AlN、AlB <sub>2</sub>
2-24	35	55:Co、30:Al 13:WC、12:TiN	CBN、CoWB、 Co <sub>2</sub> W <sub>2</sub> B、 AlN、AlB <sub>2</sub>
2-25	34	60:TiN 40:Al	CBN、TiN、 AlB <sub>2</sub> 、TiB <sub>2</sub>
2-26	20	60:TiN 40:Al	CBN、TiN、 AlB <sub>2</sub> 、TiB <sub>2</sub>

【0047】〔表6〕～〔表7〕に示した各CBN焼結体を切削工具用のチップの形に加工した後、切削に關与する部位に実施例1と同じ成膜操作を行いて、真空アーク放電によるイオンプレーティング法で試料1-9と同様に中間層(TiN)を0.5μm成膜し、硬質耐熱被膜(Ti<sub>0.3</sub>Al<sub>0.7</sub>)Nを5.6μm成膜し、さらに、表面層(Ti(C<sub>0.3</sub>N<sub>0.7</sub>))を0.2μm被覆した。

【0048】得られた切削チップと硬質耐熱被膜を被覆していない比較用の切削チップとを用いて以下の切削テ

ストを行った。結果は〔表8〕にまとめて示してある。

〔表8〕に記載の欠損までの時間は外周に4箇所のU字型の溝を有するSKD11材に熱処理を行って硬度HRC56にした丸棒を被削材とし、切削速度100m/min、切込み0.2mm、送り0.1mm/rev、乾式で切削した場合に欠損するまでの時間である。

30 【0049】

〔表8〕

試 料	CBN焼結体 基材の抗折力 (kgf/mm <sup>2</sup> )	欠損ま の時間 (分)	試 料	CBN焼結体 基材の抗折力 (kgf/mm <sup>2</sup> )	欠損ま の時間 (分)
2-1	70	☆3 5	2-14	120	☆10 39
2-2	60	☆2 5	2-15	95	☆9 25
2-3	75	☆4 9	2-16	80	☆6 13
2-4	85	☆4 16	2-17	110	☆16 30
2-5	95	☆10 20	2-18	105	☆15 22
2-6	90	☆9 15	2-19	105	☆14 23
2-7	105	☆6 31	2-20	105	☆9 21
2-8	95	☆5 23	2-21	90	☆6 16
2-9	105	☆12 27	2-22	90	☆7 15
2-10	105	☆11 21	2-23	90	☆4 21
2-11	100	☆14 21	2-24	85	☆3 11
2-12	70	☆0.5 1	2-25	90	☆11 20
2-13	90	☆11 19	2-26	80	☆7 11

☆は硬質耐熱被膜を被覆していない工具

### 【0050】実施例3

実施例1と同様な操作を繰り返したが、本実施例ではダイヤモンド含有率および結合材残部の組成を〔表9〕に示すものに変えた。材料粉末は乳鉢を用いて混合した後、Mo製容器に充填し、圧力55kb、温度 1,500°Cで30分間焼結した。次いで、体積比で95:5となるようにTiNを配合し、乳鉢を用いて混合して原料粉末を得た。

【0051】得られた原料粉末をCo板を敷いたMo製容器に充填し、圧力55kb、温度 1,450°Cで20分間焼結した。この焼結体を用いて切削チップを作製し、その切削に参与する部分に実施例1と同じ成膜操作を行って真空アーク放電によるイオンプレーティング法で試料1-9と同じ中間層(TiN)を0.5μm成膜し、次いで、硬質耐熱

被膜((Ti<sub>0.9</sub>Al<sub>0.1</sub>)N)を5.6μm、表面層(Ti(C<sub>0.9</sub>N<sub>0.1</sub>))を0.2μmそれぞれ被覆した。

【0052】次に、上記の切削チップと比較のために実施例1で用いたCBN焼結体に硬質耐熱被膜を被覆したチップと硬質耐熱被膜を被覆していないCBN焼結体チップおよび硬質耐熱被膜を被覆していないダイヤモンド焼結体チップを用いて以下の切削テストを行った。被削材はFCD600材と16%Si-Al合金にて1:1の切削比率となる様に組合せた丸棒の外周を切削速度 200m/min、切込み 0.3mm、送り0.2mm/rev、乾式で20分間切削した。結果は〔表9〕にまとめて示してある。

### 【0053】

〔表9〕

試料	ダイヤモンド含有率 (体積%)	焼結体残部の組成	逃げ面摩耗 (mm)
3-1	99	Co、W	☆ 3分で欠損 4分で欠損
3-2	98	Co、WC	☆ 0.213 0.165
3-3	90	Co、WC	☆ 0.160 0.119
3-4	90	TiN、Co、WC	☆ 0.150 0.111
3-5	85	TiC、HfC、Co	☆ 0.155 0.132
3-6	80	Co、Ni、TiC	☆ 0.159 0.129
3-7	75	SiC、Si、WC	☆ 0.240 0.182
3-8	70	TiN、Co、Ni、WC	☆ 0.166 0.129
3-9	70	Al、Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	☆ 3分で欠損 5分欠損
3-10	45	TiC、Co、WC	☆ 0.185 0.149
3-11	35	TiN、Co	☆ 2分で欠損 7分で欠損
3-12	CBN焼結体		☆ 4分で欠損 0.116

☆は硬質耐熱被膜を被覆していない工具

【0054】

【発明の効果】本発明の工具用複合高硬度材料は、優れた強度、硬度および靱性を有するCBN焼結体およびダイヤモンド焼結体に優れた硬度と耐熱性とを有する硬質耐熱被膜を密着性良く被覆することによって強度、靱性および耐摩耗性を兼ね備えた工具用複合高硬度材料となり、従来の工具に比較して著しく高寿命かつ幅広い用途に適用可能な切削性能を発揮するという効果がある。

【図面の簡単な説明】

【図1】 本発明の複合硬度材料の概念的断面図で、円

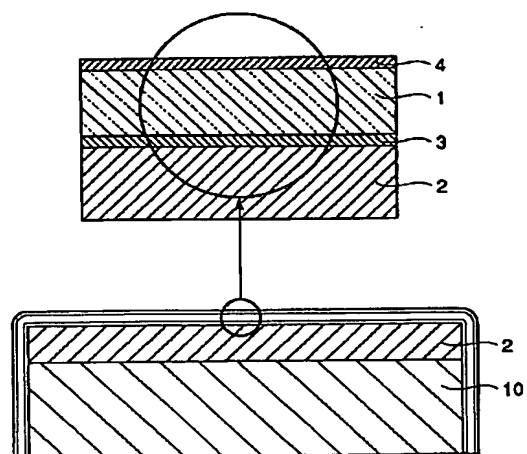
の中は拡大図。

【図2】 本発明の複合硬度材料の製造装置の一例を示す概念図で、(a)は概念的断面図、(b)は概念的平面図である。

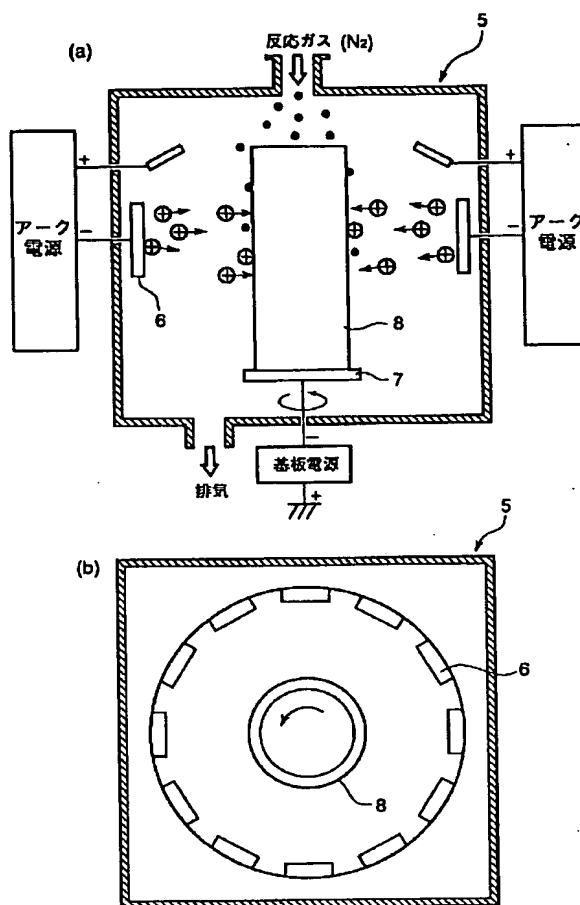
【符号の説明】

- |            |          |
|------------|----------|
| 1 硬質耐熱被膜   | 2 基材     |
| 3 中間層      | 4 表面層    |
| 5 真空チャンバー  | 6 基材群    |
| 7 回転式基材保持具 | 8 ターゲット群 |
| 10 超硬合金    |          |

【図 1】



【図 2】



フロントページの続き

(51)Int.Cl.<sup>6</sup>

C 0 4 B 35/583

C 2 2 C 29/16

C 2 3 C 14/06

識別記号

片内整理番号

F I

技術表示箇所

A

L 8939-4K

N 8939-4K

(72)発明者 吉岡 剛

兵庫県伊丹市昆陽北一丁目1番1号 住友  
電気工業株式会社伊丹製作所内

(72)発明者 瀬戸山 誠

兵庫県伊丹市昆陽北一丁目1番1号 住友  
電気工業株式会社伊丹製作所内



【公報種別】特許法第17条の2の規定による補正の掲載  
 【部門区分】第3部門第1区分  
 【発行日】平成14年1月23日(2002.1.23)

【公開番号】特開平8-119774  
 【公開日】平成8年5月14日(1996.5.14)  
 【年通号数】公開特許公報8-1198  
 【出願番号】特願平6-287374  
 【国際特許分類第7版】

C04B 41/87  
 B23B 27/14  
 27/20  
 C04B 35/52 301  
 35/583  
 C22C 29/16  
 C23C 14/06

【F1】

C04B 41/87 N  
 B23B 27/14 A  
 27/20  
 C04B 35/52 301 D  
 C22C 29/16 A  
 C23C 14/06 L  
 N  
 C04B 35/58 103 H

【手続補正書】

【提出日】平成13年6月4日(2001.6.4)

【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】請求項2

【補正方法】変更

【補正内容】

【請求項2】 硬質耐熱被膜が立方晶型の結晶構造を有する請求項1に記載の工具用複合高硬度材料。

【手続補正2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】請求項3

【補正方法】変更

【補正内容】

【請求項3】 硬質耐熱被膜が  $(\text{Ti}_x\text{Al}_{1-x})\text{N}$  (ここで、 $0.3 \leq x \leq 0.5$ ) で表される組成を有する請求項1または2に記載の工具用複合高硬度材料。

【手続補正3】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】請求項13

【補正方法】変更

【補正内容】

【請求項13】 平均粒径が3  $\mu\text{m}$ 以下で抗折力(JI

S規格で測定)が105kgf/mm<sup>2</sup>以上である請求項11または12に記載の工具用複合高硬度材料。

【手続補正4】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】請求項14

【補正方法】変更

【補正内容】

【請求項14】 基材が立方晶型窒化硼素(CBN)粉末90体積%以上と残部の結合材粉末とを超高圧焼結して得られた焼結体であり、残部結合材が周期律表の1aおよび2a族元素の硼化合物と、TiNと、不可避免的不純物とからなる請求項1～6のいずれか一項に記載の工具用複合高硬度材料。

【手続補正5】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】請求項19

【補正方法】変更

【補正内容】

【請求項19】 基材がダイヤモンド粉末60～98体積%と結合材粉末とを超高圧焼結して得られる焼結体であり、残部結合材粉末が炭化珪素と、珪素と、WCと、不可避免的不純物とからなる請求項1～6のいずれか一項に

記載の材料。

【手続補正6】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0002

【補正方法】変更

【補正内容】

【0002】

・【従来技術】CBN焼結体はダイヤモンドに次ぐ高い硬度を有する材料で、金属との反応性が低いので金属の切削工具として使用されている。CBN焼結体は結合材（焼結助剤）を用いてCBN結晶粒子を高温高圧下で焼結させて作られるが、下記の3つのタイプに大別することができる：

(1) CBN結晶粒子を20～80体積%含み、結合材としてTiの炭化物、窒化物、炭窒化物を用いるもの（例、特開昭53-77811号）

(2) CBN結晶粒子を80体積%含み、結合材としてAlおよびCo金属を用いるもの（例、特公昭52-43846号）

(3) CBN結晶粒子を95体積%以上含み、結合材として $M_2B_2N_4$ （ここでMはアルカリ土類金属）を用いるもの（例、特開昭59-57967号）

【手続補正7】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0004

【補正方法】変更

【補正内容】

【0004】CBN焼結体の耐摩耗性を向上させるために、CBN焼結体にTiN等の各種耐摩耗層を被覆する方法が提案されている（例、特開昭61-183,187号公報、特開平1-96,083号公報、特開平1-96,084号公報）が、これら公知のコーティングCBN工具は、耐摩耗層の硬度、耐酸化性がCBN基材と比べ著しく劣るため工具の摩耗はさけられず、未だに実用的に十分な使用寿命の長い切削工具は得られていない。特に焼入鋼等の高硬度難削材の切削においてはコーティング層の強度及び硬度の不足が致命的でコーティングによる耐摩耗性向上の効果が現れない。また超硬合金にTiN、(TiAl)N、TiCN、 $Al_2O_3$ 等を被覆した工具も提案されているが切削温度が高くなると、基材内部が著しく弾塑性変形し、容易に剥離または破壊してしまい、特に焼入鋼等の高硬度難削材の切削においては利用できない。

【手続補正8】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0009

【補正方法】変更

【補正内容】

【0009】硬質耐熱被膜(1)はイオンブレーティング法などのPVD法で作ることができる。PVD法は基材強度（工具の場合には基材の耐摩耗性、耐欠損性）を高いレベルに維持したままその表面を処理することができ

る。本発明の硬質耐熱被膜を作製するには、原料元素のイオン化効率が高く、反応性に富み、基材にバイアス電圧を印加することによって密着性に優れた被膜を得ることができるアーク式イオンブレーティング法が最も適している。

【手続補正9】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0012

【補正方法】変更

【補正内容】

【0012】すなわち、超硬合金製工具では、TiN、TiCNまたは $Al_2O_3$ の被膜をコーティングして耐摩耗性と耐酸化性を向上させて、寿命を延ばすことが一般に行われている。従って、cBN工具にも同様な被膜をコーティングすることが試みられたが、十分な結果は得られていない。本発明者達は、被膜の構成元素をC、N、Oの少なくとも1種と、Tiと、Alとで構成することでcBN工具の寿命を延ばす効果が得られることを見出した（耐摩耗性、耐酸化性、耐反応性、耐チッピング性等の向上）。特に、 $Ti_xAl_{1-x}N$ （ $x = 0.3 \sim 0.5$ ）は膜特性（膜硬度、耐酸化性）、生産性に優れており、望ましい。TiAlNは被膜は高硬度、高耐酸化性であることは知られているが、本発明者達はTiAlNが高硬度なcBNの耐摩耗性を損なわずに耐酸化性を向上させることを見出した。また、TiAlNにCを加えた膜はTiAlNより高硬度であり、Oを加えた膜は耐酸化性に優れている。硬質耐熱被膜はその結晶構造が立方晶型であるものが特に硬度に優れ、cBN工具の耐摩耗性を損ねることがない。

【手続補正10】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0015

【補正方法】変更

【補正内容】

【0015】硬質耐熱被膜は組成の異なる2種以上の化合物層を積層した構造でも、それを周期的に多数積層したものでもよい。また、硬質耐熱被膜の組成が基材側から表面側にかけて連続的または段階的に変化する傾斜組成にすることもできる。また、基材と中間層または硬質耐熱被膜、中間層と硬質耐熱被膜、硬質耐熱被膜間、硬質耐熱被膜と表面層との間を同様な傾斜構造にすることもできる。この傾斜構造は膜の剥離やクラックが問題となる場合に効果的である。

【手続補正11】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0017

【補正方法】変更

【補正内容】

【0017】中間層の膜厚は $0.05 \mu m$ 未満では密着性の向上が見られず、逆に $5 \mu m$ を越えても密着性の向上は見られない。従って、特性および生産性の観点から中間

層の膜厚は0.05～5 μmの範囲にするのが好ましい。また、硬質耐熱被膜の最上層に形成できる表面層の厚さは5 μm以下にするのが好ましい。5 μmを越えると剥離等により耐摩耗性、耐欠損性の向上は見られなくなる。また、生産性の観点からも適当ではない。

【手続補正12】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0021

【補正方法】変更

【補正内容】

【0021】(2) 立方晶型窒化硼素(CBN)粉末45～95体積%と残部の結合材粉末とを超高圧焼結して得られた焼結体であって、残部の結合材粉末が1～50重量%のTiNと、Co、NiおよびWCからなる群の中から選択される少なくとも1種と、アルミニウムおよび／またはアルミニウム化合物と、不可避的不純物とからなるもの。

【手続補正13】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0022

【補正方法】変更

【補正内容】

【0022】(3) 立方晶型窒化硼素(CBN)粉末90体積%以上と残部の結合材粉末とを超高圧焼結して得られた焼結体であって、残部結合材粉末が周期律表1a、2a族元素の硼化合物と、TiNと、不可避的不純物とからなる焼結体。残部結合材は1～50重量%のTiNを含むものが好ましい。

【手続補正14】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0023

【補正方法】変更

【補正内容】

【0023】タイプ(1)のCBN焼結体自体は公知であり、その特性および製造方法は特開昭53-7781号公報に詳細に記載されている。タイプ(2)のCBN焼結体は特公昭52-43846号に記載の結合材にTiNを加えたものに行うことができる。TiNを加えることによって硬質耐熱被膜との密着性がある。タイプ(3)のCBN焼結体は特開昭59-57967号に記載の結合材にTiNを加えたものに行うことができる。タイプ(3)のCBN焼結体もTiNを加えることによって硬質耐熱被膜との密着性が上がる。

【手続補正15】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0028

【補正方法】変更

【補正内容】

【0028】しかし、 $TiN_z$  ( $0.5 \leq z \leq 0.85$ ) および／または $TiC_z$  ( $0.65 \leq z \leq 0.85$ ) を結合材粉末として用

いた場合、アルミニウムおよび／またはアルミニウム化合物が50重量%を超えるとCBN焼結体の硬度および強度が不十分になり、本発明の工具用複合高硬度材料用の基材としては不適當である。

【手続補正16】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0034

【補正方法】変更

【補正内容】

【0034】

【実施例】以下、本発明の実施例を説明するが、本発明が下記の実施例に限定されるものではない。

#### 実施例1

超合金製ポットおよびボールを用いてTiNとアルミニウムとを80：20の重量比で混合して結合材粉末を得た。次に、この結合材とCBN粉末とを体積比で40：60となるように配合し、Mo製容器に充填し、圧力50kb、温度1,450°Cで20分間焼結した。この焼結体を切削工具用のチップ(SNGN120408)の形に加工した後、図2に示す成膜装置を用いて、チップの切削に關与する部位に真空アーク放電によるイオンプレーティング法で硬質耐熱被膜を被覆した。

【手続補正17】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0036

【補正方法】変更

【補正内容】

【0036】C、Oを含む膜の場合には、反応ガスとして $N_2$ 、 $C_2H_2$ 、 $O_2$ を用い、各々の流量の割合を調整してC、N、Oの割合を調整した。また、中間層、表面層を有する製品はターゲットとしてTiターゲットを加えて配置し、上記と同じ要領で順次成膜した。

【手続補正18】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0050

【補正方法】変更

【補正内容】

【0050】実施例3

実施例1と同様な操作を繰り返したが、本実施例ではダイヤモンド含有率および結合材残部の組成を〔表9〕に示すものに変えた。材料粉末は乳鉢を用いて混合した。

【手続補正19】

【補正対象書類名】図面

【補正対象項目名】図2

【補正方法】変更

【補正内容】

【図2】

